

Aspectos morfológicos y autoafines de las superficies de fractura lenta en el vidrio

Claudia Maribel Guerra Amaro, Martín Edgar Reyes Melo, Virgilio Ángel González González, Moisés Hinojosa Rivera
Programa doctoral de ingeniería de materiales, FIME-UANL
claus_guerra82@yahoo.com.mx, mreyes@gama.fime.uanl.mx, hinojosa@gama.fime.uanl.mx

RESUMEN

El presente trabajo es un estudio del comportamiento autoafín de las superficies de fractura en un vidrio sódico-cálcico. Las superficies de fractura fueron obtenidas a una velocidad de propagación lenta (del orden de los nm/s), utilizando para tal efecto un dispositivo mecánico de flexión en tres puntos. Las superficies obtenidas fueron caracterizadas mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Microscopía de Fuerza Atómica (MFA). En las imágenes obtenidas mediante MEB se observan aspectos morfológicos y cualitativos del comportamiento autoafín en las diferentes zonas presentes en las superficies de fractura. De las imágenes obtenidas mediante MFA se extrajeron datos topográficos que fueron analizados bajo el marco de la geometría fractal. Los resultados obtenidos indican que la velocidad de propagación es un factor determinante en la morfología y el comportamiento autoafín de estas superficies de fractura.

PALABRAS CLAVE

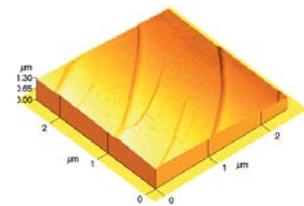
Superficie de fractura, vidrio sódico-cálcico, MFA, geometría fractal, comportamiento autoafín.

ABSTRACT

The present work is a study of the self-affine behavior of the fracture surfaces in soda-lime glass. The fracture surfaces were obtained with a slow propagation (of the order of nm/s), using for such effect a mechanical device of three point bending. The surfaces obtained were characterized by Scanning Electron Microscopy (SEM) and Atomic Force Microscopy (MFA). From SEM-images morphologic and qualitative aspects of the self-affine behavior were observed in the different zones on the fracture surfaces. From AFM images topographic data were extracted and then were analyzed using Fractal Geometry. The obtained results indicate that the speed of propagation is a determining factor in the morphology and self-affine behavior in these fracture surfaces.

KEYWORDS

Fracture surface, soda-lime glass, AFM, fractal geometry, self-affine behavior.



INTRODUCCIÓN

El estudio de las superficies de fractura es un tema de suma importancia tanto desde el punto de vista tecnológico como científico, siendo éstas el producto de la interacción de las propiedades intrínsecas del material y del mecanismo y proceso de fractura. El análisis de las superficies de fractura es una antigua herramienta ampliamente utilizada para la comprensión de los mecanismos elementales que ocasionan el daño así como la propagación de las grietas en el proceso de fractura.¹

En un intento por cuantificar nuestra comprensión del proceso de fractura en materiales frágiles, algunos investigadores combinaron las matemáticas con la realidad, relacionando el esfuerzo aplicado con el tamaño de los defectos presentes en el material. Irwin,² tomando algunas de las ideas de Griffith, Orowan e Inglis desarrolló lo que ahora conocemos como Mecánica de la Fractura Elástica Lineal (LEFM, por sus siglas en inglés “Linear Elastic Fracture Mechanics”), que basa su análisis en el tamaño y forma de las grietas presentes en un medio continuo, y en base a esto realizó un modelo que predice cual es el esfuerzo máximo con el cual inicia un proceso de fractura.

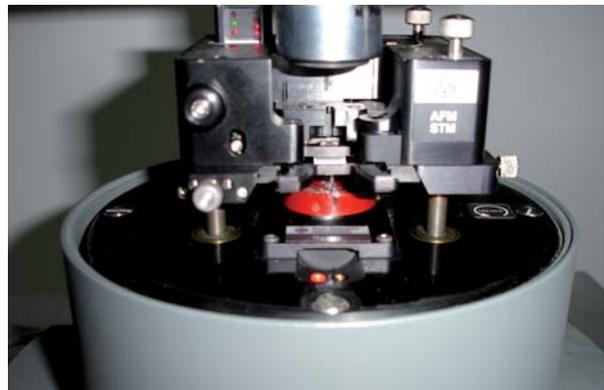
Entre los materiales frágiles que han sido objeto de numerosos estudios se encuentran los materiales vítreos. Por lo tanto la morfología presente en las superficies de fractura en vidrio, ha sido motivo de muchas investigaciones científicas, Wallner³ fue uno de los pioneros en realizar dichas investigaciones y reportó unas líneas características formadas al final de una zona aparentemente “lisa”, estas morfologías llamadas Líneas de Wallner fueron utilizadas para estimar la velocidad promedio con la que se desarrolla un proceso de fractura.

Años más tarde Mecholsky y su equipo de trabajo⁴ retomaron las investigaciones realizadas y bajo el marco de la fractografía clásica que básicamente se apoya en análisis cualitativos de la morfología de las superficies, mediante la Mecánica de la Fractura y la Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), examinaron la morfología presente en las superficies de fractura en materiales vítreos desde escalas milimétricas hasta micrométricas. Con estas observaciones se identificaron cuatro zonas características que describen el comportamiento y posible origen de la fractura. La primera zona es

denominada espejo, porque tiene una apariencia “lisa” y brillante; en la mayoría de los casos esta región está rodeada por otra zona de pequeñas irregularidades conocida como zona difusa. La tercera zona presenta mayor rugosidad y es llamada fibrosa, esta zona aparece inmediatamente después de la zona difusa. Cuando las superficies de fractura son muy prominentes se puede presentar una última región denominada zona de “ramificaciones” que se caracteriza por ser más rugosa que las tres zonas anteriormente descritas.

Con el surgimiento del Microscopio de Tunelamiento y el de Fuerza Atómica (MT-MFA), se han podido examinar superficies a escalas nanométricas tanto en materiales conductores, como en no conductores.^{5,6} Las observaciones mediante microscopía de fuerza atómica muestran, que aún a escalas nanométricas, se presentan irregularidades morfológicas, las cuales no pueden describirse de manera satisfactoria mediante la Geometría Euclidiana y debido a esa razón el análisis cuantitativo de estas superficies se torna demasiado complejo.

Mandelbrot⁷ en 1984 propuso utilizar conceptos de Geometría Fractal, para describir las irregularidades topográficas de una superficie de fractura. En un objeto fractal, la autosimilitud se presenta a todas las escalas desde lo infinitamente pequeño hasta lo infinitamente grande, sin embargo en la naturaleza la mayoría de los objetos tienen un comportamiento del tipo autoafín, que se manifiesta solamente en cierto intervalo de la escala, fuera de este intervalo dichos objetos no son autoafines. Para el caso de superficies rugosas el límite máximo, hasta donde se presenta la autoafinidad se conoce como longitud de correlación



Microscopio de Fuerza Atómica marca Park Scientific utilizado para el análisis de las muestras.

(ξ). La rugosidad o irregularidad presente en dichas superficies autoafines se cuantifica mediante un parámetro conocido como exponente de Hurst o exponente de rugosidad (ζ). Los parámetros de auto afinidad ζ y ξ han sido extensamente utilizados para el estudio cuantitativo del carácter autoafín de las superficies de fractura.⁸⁻¹⁴

Entre los resultados más importantes que se han obtenido se encuentra el hecho de que, para condiciones de propagación rápida del frente de grieta, las superficies de fractura presentan autoafinidad con un exponente de rugosidad alrededor de 0.8 para materiales metálicos,¹⁰ poliméricos¹¹ y vidrio,¹² lo cual concuerda con los modelos propuestos por Bouchaud¹³ y sus colaboradores. Con respecto a la longitud de correlación (ξ), se ha reportado que ésta se relaciona con las heterogeneidades de mayor tamaño presentes en el material o medio donde se propaga el frente de grieta.^{6,9,10}

Algunos estudios más recientes¹⁴ dejan entrever que existe además del exponente “universal” ($\zeta \approx 0.8$), un exponente de 0.5 que aparentemente está asociado con una propagación muy lenta del frente de grieta (entre 10^{-3} y 10^{-10} m/s), siendo este comportamiento detectado a escalas nanométricas (alrededor de los 200 nm). Sin embargo, a pesar de los esfuerzos de muchos investigadores, existen aún muchas interrogantes que impiden describir de manera clara el comportamiento autoafín de las superficies de fractura.

El presente trabajo es un estudio del comportamiento autoafín de las superficies de fractura cuando la velocidad de propagación de la fractura, es, en promedio lenta (del orden de los nm/s), mediante análisis cualitativos y cuantitativos realizados por medio de MEB y MFA respectivamente. Siendo el objetivo de nuestro trabajo, tener una mejor comprensión del efecto de la velocidad de propagación sobre la morfología resultante y el comportamiento autoafín de las superficies de fractura en el vidrio sódico-cálcico.

EXPERIMENTACIÓN

Material de estudio y obtención de las superficies de fractura

El material de estudio seleccionado para este trabajo es un vidrio sódico-cálcico, que presenta las dimensiones típicas de un portaobjetos (75 x 30 x

1) mm³. Las superficies de fractura se obtuvieron mediante un dispositivo construido por nosotros (ver figuras 1a y 1b) que permite aplicar flexión en tres puntos a una muestra a la que previamente se le realizó una incisión de manera transversal con un identador de carburo de tungsteno, obteniendo la muesca o frente de grieta que va a propagarse en modo I de fractura, a través del material, generándose las superficies de fractura. Como se puede observar en la figura 1, nuestro dispositivo tiene en el centro un tornillo de platino, el cual actúa como un generador de carga. Con la finalidad de evitar contacto directo entre la punta del tornillo generador de carga y la probeta, se interpuso entre éstos un pequeño “bloque” de algodón.

Para la generación de carga que induce la propagación del frente de grieta, una vez que el sistema tornillo-algodón-probeta están en contacto, se procedió a incrementar gradualmente la presión del tornillo sobre la probeta. La aplicación de la carga se realizó para la primera muestra en un intervalo de 104 horas que equivale a un poco más de 4 días, y

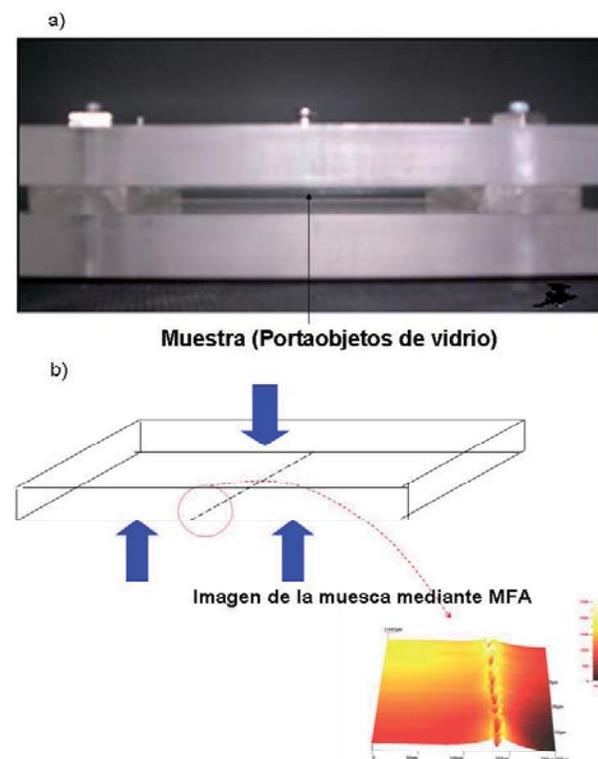


Fig. 1. a) Dispositivo que se utilizó para efectuar la fractura de flexión en tres puntos. b) Esquema de la flexión en tres puntos y una imagen de la muesca obtenida mediante MFA.

para la segunda muestra en un intervalo de poco más de 205 horas, que son aproximadamente 9 días.

Fractografía cualitativa mediante MEB

Una vez obtenidas las superficies de fractura, se recubrieron con una capa delgada de oro, para poder ser analizadas en el MEB. Las imágenes se obtuvieron mediante electrones secundarios, y se analizaron las zonas presentes en las superficies de fractura a diferentes magnificaciones.

Fractografía autoafín mediante MFA

Las superficies de fractura se analizaron en el MFA en el modo de contacto al aire y a temperatura ambiente; las frecuencias de barrido variaron desde 0.7 Hz hasta 1 Hz. La resolución de las imágenes fue de 512 x 512 píxeles, lo que equivale a 512 perfiles de alturas. Se obtuvieron imágenes a diferentes tamaños de barrido, desde 300 nm hasta 5 μm. Una vez obtenidos los datos topográficos de las imágenes, se realizó el análisis autoafín mediante el método de ventanas de ancho variable tal como lo describe González.¹⁵ Se analizaron 250 perfiles de los 512 obtenidos en cada imagen, esto con el fin de calcular el exponente de rugosidad promedio y la longitud de correlación de las superficies analizadas.

El método de ventana de ancho variable¹⁵ es un método relativamente simple y muy confiable; en este método se toma un perfil de longitud L , el cual es dividido en ventanas o bandas de ancho r . La desviación estándar de las alturas de los perfiles, $\sigma(i)$ es calculada en cada banda y después promediada sobre todas las bandas posibles al variar el origen, de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$W(r) = \frac{1}{N_d} \sum_{i=1}^{N_d} \sigma(i) \cong r^\zeta \quad (1)$$

donde N_d es el número de puntos. El exponente de rugosidad se obtiene de un gráfico logarítmico $W(r)$ vs r .

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La velocidad promedio con la que se generaron las superficies de fractura en las muestras 1 y 2 fue de aproximadamente 2.67 nm/s y 1.69 nm/s, respectivamente.

Fractografía cualitativa mediante MEB

En las figuras 2a y 2b se observa la morfología presente en todo lo ancho de las superficies de fractura de las muestras 1 y 2 respectivamente. En cada una de estas figuras se muestra el posible origen de propagación del frente de grieta, ya que en esa área fue en donde se realizó la incisión previa a la aplicación de esfuerzo a cada una de las muestras. Con estas imágenes podemos corroborar que los posibles frentes de grieta viajaron a través del material con una velocidad en promedio lenta (del orden de los nm/s), esto debido a que en una propagación lenta, las superficies de fractura pueden tener una apariencia muy "lisa", lo que llamamos anteriormente zona espejo,¹⁶ examinadas por medio de MEB.

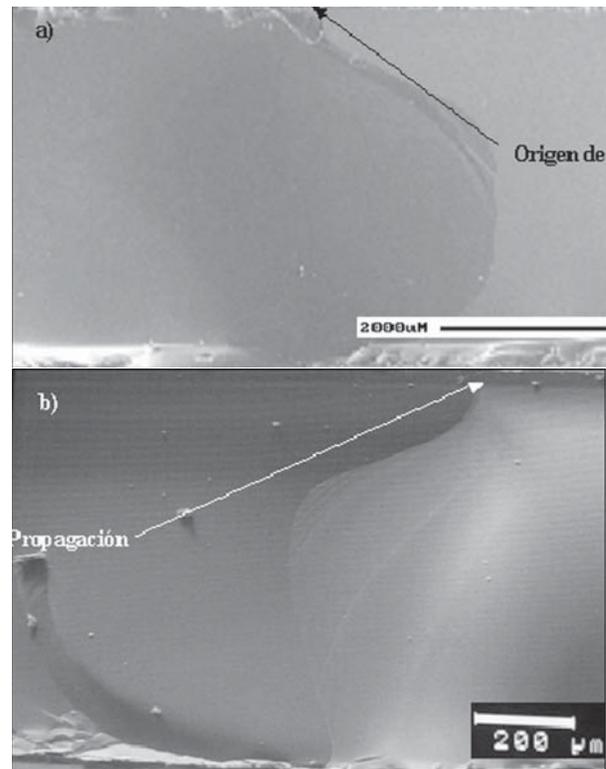


Fig. 2. Imagen de MEB de la morfología presente de la superficie de fractura. a) Muestra 1, b) Muestra 2.

En las figuras 3a y 3b, se pueden apreciar el final de la superficie de fractura de la muestra 1 y 2 respectivamente, en estas imágenes se observan las zonas características de una propagación rápida (del orden de la velocidad de propagación del sonido en dicho material), las zonas difusa y fibrosa. En la imagen 3c, podemos apreciar las Líneas de Wallner,

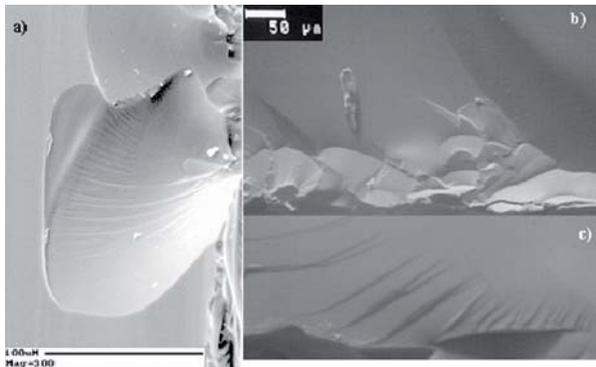


Fig. 3. a) Zona fibrosa muestra 1. b) Zona fibrosa muestra 2, c) Líneas de Wallner muestra 2.

que son el sitio de intersección del frente de grieta con las ondas de propagación del esfuerzo.²

La morfología de la zona espejo (figura 2) se debe a que solamente se disipan pequeñas cantidades de energía, pero una vez que el flujo de energía crítica es excedido, la velocidad de propagación incrementa su valor al máximo y debido a esto se vuelve inestable,¹⁷ provocando con esto morfologías ramificadas o muy accidentadas, como se observa en las imágenes de la figura 3.

Fractografía autoafín mediante MFA

En la figura 4 se presentan imágenes obtenidas mediante MFA en las diferentes zonas presentes en la superficie de fractura (de las muestras 1 y 2) y las gráficas de autoafinidad de los datos topográficos extraídos de cada una de las imágenes. La imagen 4a fue obtenida en la zona espejo 1, muy cerca del inicio de propagación, observándose una morfología muy rugosa que es “muy similar” a la morfología presente en la superficie de fractura de un metal.¹⁶ La imagen 4b, fue obtenida en la zona espejo 2, aproximadamente en medio de la superficie de fractura, y como se puede apreciar la morfología presente no es tan rugosa como la que se presenta en la imagen 4a. La imagen 4c se obtuvo de las líneas de Wallner, presentes al final de la zona espejo 2.

Las curvas de cada una de estas imágenes, muestran cuantitativamente el comportamiento autoafín. El exponente de rugosidad presente en la zona espejo 1, es de 0.57, con lo que podemos corroborar que la propagación en esta región fue en promedio lenta (del orden de nm/s). El exponente de rugosidad en la zona espejo 2 es de 0.67, lo que

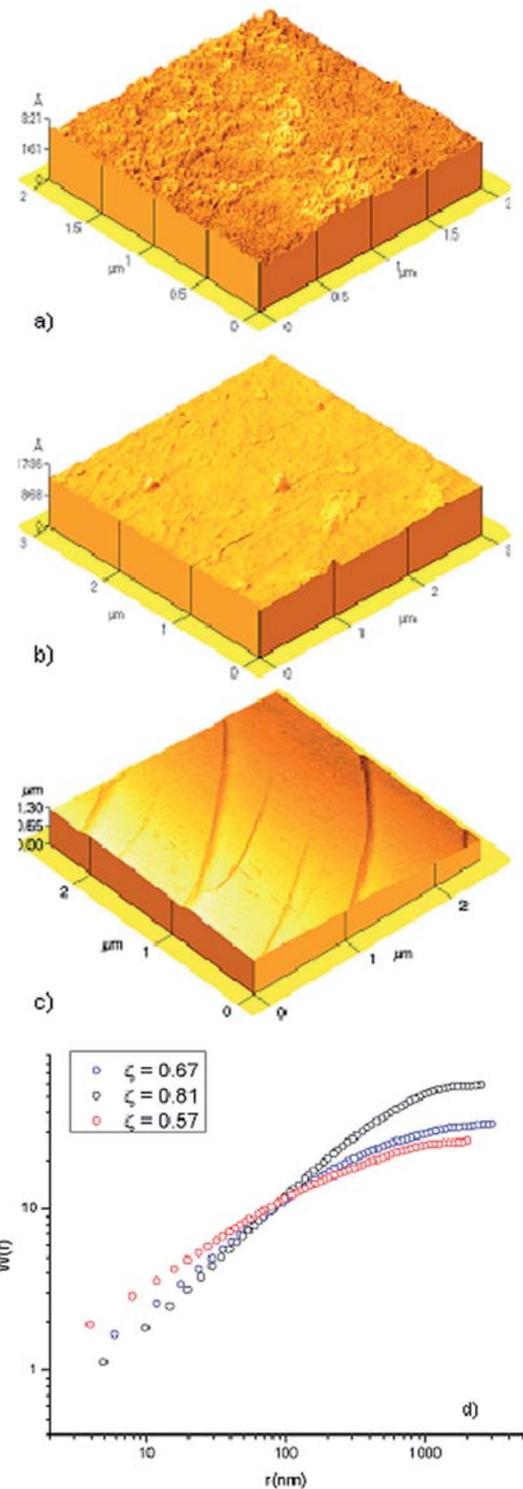


Fig. 4. a) Imagen de MFA de la zona espejo 1. b) Imagen de MFA de la zona espejo 2. c) Imagen de MFA de las Líneas de Wallner. d) Gráficas de Autoafinidad que muestran el comportamiento de cada una de las imágenes analizadas $\zeta = 0.57$ en la imagen 4a, $\zeta = 0.67$ en la imagen 4b y $\zeta = 0.57$ en la imagen 4c.

se puede definir como una transición debido a la cinética de propagación en esta zona. En las líneas de Wallner (figura 4c) obtuvimos un exponente de rugosidad de 0.81, debido a que en esta región la rapidez de propagación del frente de grieta alcanzó su valor máximo. Las curvas de autoafinidad obtenidas para las muestras 1 y 2 no muestran diferencias significativas.

Lo anterior concuerda con los modelos propuestos por Bouchaud y su equipo de trabajo,¹³ que proponen un $\zeta = 0.5$ a velocidad de propagación lenta y $\zeta = 0.8$ para velocidades de propagación rápida.

CONCLUSIONES

Las imágenes de MEB permiten observar que en ambas muestras la mayor parte de las superficies de fracturas comprenden la zona espejo, y con esto se corrobora que la velocidad promedio de propagación en ambos casos fue lenta, 2.69 nm/s en la muestra 1 y 1.69 nm/s en la muestra 2, aproximadamente. Los resultados obtenidos no presentan diferencia entre la muestra 1 y la muestra 2.

Las imágenes de MFA muestran que dependiendo de la zona analizada es el tipo de morfología presente en la superficie de fractura, y un comportamiento autoafín para cada una de las zonas analizadas. En la zona espejo 1 se obtuvo $\zeta = 0.57$ debido a una velocidad de propagación lenta, y en las líneas de Wallner $\zeta = 0.81$ debido a una propagación rápida. Además observamos una posible transición de ambos comportamientos $\zeta = 0.67$, en la zona espejo 2, que se localiza entre la zona espejo 1 y las líneas de Wallner.

Dado lo anterior, podemos corroborar de manera cualitativa por medio de las imágenes de MEB y de manera cuantitativa por medio de las imágenes de MFA y el análisis fractográfico, que la velocidad de propagación es un factor determinante en la morfología y el comportamiento autoafín de estas superficies de fractura.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece a CONACYT por la beca de Maestría otorgada (Registro 190091), al PAICYT-CONACYT por el apoyo al Proyecto (38873-U), y a la MC María Lara y el MC Edgar Morales, por sus valiosas contribuciones a este trabajo.

REFERENCIAS

1. Elisabeth Bouchaud; Surface Review and Letters, Vol 10, No 5 (2003) p 797-814.
2. Fractography of Glass, Bradt, R., Tressler, R., p 37-73, 1994 Plenum Press, New York.
3. Wallner, H., Zeitschrift fur Physik, Vol. 114, 1939, p 368-378; Ceramic Abstracts Vol. 19, No 6, 1940, p 137.
4. Mecholsky, J., J., Freiman, W., Rice, W., "Fractographic Analysis of Ceramics", Fractography in Failure Analysis ASTM STP 645, 1978, p 363 – 379.
5. Bouchaud, E., J,Phys.:Condens.Matter 9, 1997.
6. Hinojosa, M., Aldaco, J., Rodríguez, R., Ortiz, U.; Materials Research Society, 2005 Vol. 882E.
7. B.B. Mandelbrot. Passoja, Paullay, Nature Vol 308 19 Abril 1984.
8. Hinojosa, M., Aldaco, J., Journal Materials Research, 2002.
9. Hinojosa, M., González, V., Sánchez, J., Ortiz, U., Polymer 45 (2004), p 4829 – 4836.
10. Hinojosa, M., Bouchaud, E., Nghiem, B., Ingenierías, Abril-Junio 2000, Vol. III, No 7.
11. Guerrero C., Reyes E., González V., Polymer 43, 2002 p 6683-6693.
12. Chávez, L., González, V., Hinojosa, M., Ingenierías, Julio-Septiembre 2005, Vol. VIII, No 28.
13. Bouchaud, E., Paun, F., Computing in Science and Engineering, 1999 p 32-38.
14. Célarié, F., Prades, S., Bonamy, D., Ferrero, L., Bouchaud, E., Guillot, C., and Marlière, C.; Applied Surface Science, 2003, 212-213, p 92-96.
15. González, V., Chacón, O., Hinojosa, M., Guerrero, C., Fractals, Vol. 10, No. 3 (2002) p 373-386.
16. Célarié, F., Pardes, S., Bonamy, D., Ferrero, L., Bouchaud, E., Guillot, C., Marlière, C., Physical Review Letters, Vol. 90, No 7 (2003).
17. Marder, M.; IEEE Computing in Science and Engineering, 1999, p 2-9.